

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-044932

(43)Date of publication of application : 15.02.2000

(51)Int.Cl.

C09K 3/14

(21)Application number : 10-212724

(71)Applicant : TOKUSHU KIKI KOGYO KK

(22)Date of filing : 28.07.1998

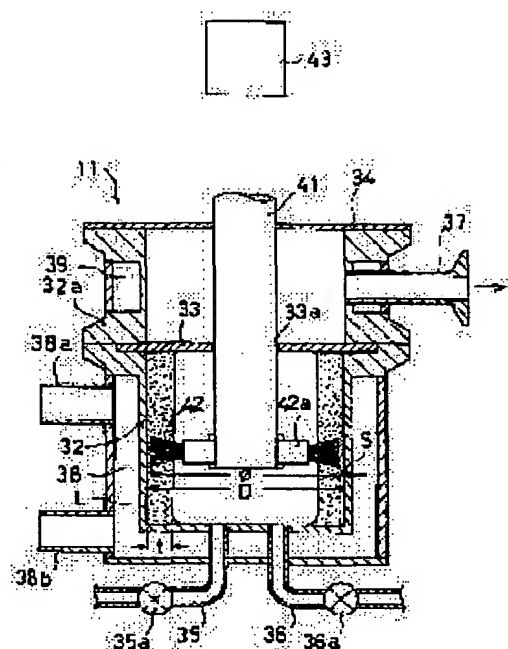
(72)Inventor : ASA TAKESHI
ISHIZU KEIJIRO
MORIYASU NOBUHIKO
NOGUCHI JUN
MIMURA HIROSHI

(54) PREPARATION OF ABRASIVE MATERIAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To prepare particles for abrading silicon wafers by crushing zeolite amorphous particles into fine particles.

SOLUTION: A liquid to be treated L comprising a mixture of zeolite amorphous particles and water is introduced into an agitating tank 32, and an agitating blade 42 is rotated at a high speed with a circumferential speed of 50 m/sec or higher. The liquid to be treated L is rotated at a high speed as a cylinder with a thickness of t by a centrifugal force. Since the particles are crushed through collision and friction between the agitating blade 42 or the tank or through friction between other particles and also acquire round forms with their corners being removed, they do not damage the processed surface.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

23.02.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-44932

(P2000-44932A)

(43) 公開日 平成12年2月15日 (2000. 2. 15)

(51) Int.Cl.⁷

C 0 9 K 3/14

識別記号

5 5 0

F I

C 0 9 K 3/14

テ-マ-ト* (参考)

5 5 0 D

5 5 0 E

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号

特願平10-212724

(22) 出願日

平成10年7月28日 (1998. 7. 28)

(71) 出願人 000225016

特殊機化工業株式会社

大阪府大阪市福島区海老江 8-16-43

(72) 発明者 麻 彪

大阪府大阪市福島区海老江 8-16-43 特

殊機化工業株式会社内

(72) 発明者 石津 敬司郎

大阪府大阪市福島区海老江 8-16-43 特

殊機化工業株式会社内

(74) 代理人 100060025

弁理士 北村 欣一 (外 3 名)

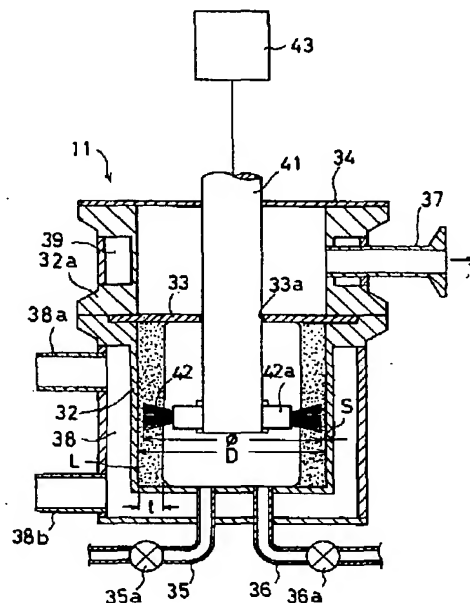
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨材の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 ゼオライトアモルファスの粒子を微細な粒子に破碎してシリコンウェーファ研磨用の粒子にする。

【解決手段】 攪拌槽 3 2 内にゼオライトアモルファスと水の混合物からなる被処理液しを入れて回転羽根 4 2 を周速 5 0 m / s e c 以上の高速で回転させる。被処理液しは遠心力で厚さ t の円筒状になって高速回転し、粒子は回転羽根 4 2 や槽との衝突及び摩擦、粒子相互の摩擦などで破碎されると共に角が取れて丸味のある形状になり、被加工面に傷をつけない。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 円筒形の攪拌槽と、該攪拌槽と同心で攪拌槽の内周面と僅かの間隙を存して高速回転する回転羽根とを有する微粒化装置を設け、該攪拌槽内に、溶媒に無機又は有機の砥粒原料の微粒体を混合及び溶解させた混合液を供給し、回転羽根を50～100m/secの周速で駆動して混合液を薄膜円筒状に高速回転させながら攪拌して前記微粒体を超微粒体に破砕し、前記混合液を該超微粒子を有する懸濁液とすることを特徴とする、研磨材の製造方法。

【請求項2】 請求項1において、前記微粒化装置の前段に、円筒形の攪拌槽と、該攪拌槽と同心で攪拌槽内面と僅かの間隙を存して高速回転する回転羽根と、攪拌槽下部の溶媒入口と、攪拌槽上部中心の砥粒原料粉入口とを有する混合装置を設け、溶媒と無機又は有機の砥粒原料粉を攪拌槽に同時に供給しながら攪拌し、任意の割合に混合された攪拌処理液を取出して前記微粒化装置の攪拌槽に供給することを特徴とする、研磨材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、LSIの製造に際して半導体基板として使用されるシリコンウェーファの表面を、平滑に研磨するための研磨材の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】シリコンウェーファを研磨するための手段としては、図1に示すような手段が用いられている。図1において1は矢印方向に回転する回転台で、これに多数のシリコンウェーファ2が保持され、該シリコンウェーファ2の表面に砥粒と水の混合物3が供給される。そして下面にパッドを取付けたディスク4を混合物3上から圧接しながら矢印方向に回転することによりシリコンウェーファ2の研磨がなされる。この研磨に使用される砥粒としては、セリア系、シリカ系、アルミナ系、ジルコニア系、二酸化マンガン系などの結晶体又は非晶質体の粉末が用いられているが、該粉末は、鋭い凸部をもつ多数の粒子が集合した2次凝集の状態で使用されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、シリコンウェーファに対して、メカノケミカル研磨即ちケミカルメカニカル研磨(CMP)を行なうことができる前記従来のセリア系、シリカ系、アルミナ系その他の研磨材の粒子又はゼオライトアモルファスの粒子を、任意の大きさの丸味をもった微粒粒子に加工して優れた研磨作用が生じるようにすることを課題とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するために用いる手段は、請求項1に記載したとおり、円筒形の攪拌槽と、該攪拌槽と同心で攪拌槽の内周面と僅かの間

隙を存して高速回転する回転羽根とを有する微粒化装置を設け、該攪拌槽内に、溶媒に無機又は有機の砥粒原料の微粒体を混合及び溶解させた混合液を供給し、回転羽根を50～100m/secの周速で駆動して混合液を薄膜円筒状に高速回転させながら攪拌して前記微粒体を超微粒体に破砕し、前記混合液を該超微粒子を有する懸濁液とすることを特徴とする。この方法で製造した研磨材は、粒径が小さく丸味を有するから、半導体基板に掻き傷をつけることなく極めて平滑に研磨することができる。

10

【0005】また、第2の解決手段は、請求項2に記載したとおり、請求項1において、前記微粒化装置の前段に、円筒形の攪拌槽と、該攪拌槽と同心で攪拌槽内面と僅かの間隙を存して高速回転する回転羽根と、攪拌槽下部の溶媒入口と、攪拌槽上部中心の砥粒原料粉入口とを有する混合装置を設け、溶媒と無機又は有機の砥粒原料粉を攪拌槽に同時に供給しながら攪拌し、任意の割合に混合された攪拌処理液を取出して前記微粒化装置の攪拌槽に供給することを特徴とする。この手段によれば、筒状に旋回する混合液の内側から砥粒原料粉が分散しながら供給されるので、砥粒原料粉と溶媒がいわゆる「ダマ」を生じることなく充分に混合し、後段の微粒化装置における攪拌作業に支障が生じない。

20

【0006】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を説明する。該実施の形態においては、研磨材の原材料としてゼオライトアモルファスを用いたものを一例として説明するが、本発明は、セリア系、シリカ系、アルミナ系、ジルコニア系、二酸化マンガン系等の全ての研磨材の製造に用いることができる。この実施の形態において原材料として使用するゼオライトアモルファスは、例えば本出願人が先に出願した特公平5-67568号公報に示されている、ゼオライト生成時にその先驱体として生成される微細な非晶質のアルミノ珪酸塩である。該アルミノ珪酸塩は、同公報に記載のように、イオン交換能や吸着能を有する微粒粒子で、例えば水40ml、水酸化ナトリウム4g(グラム)、アルミン酸ナトリウム2g、40wt%のコロイダルシリカ14gを混合し、これに適量のゼラチンを水溶液として加えて攪拌後、100℃で1時間程度加熱することにより得ることができる。このアルミノ珪酸塩は、メカノケミカル研磨用の砥粒として知られているが、直径25μm以上の粒子であり、すでに生成されたこれより大径のゼオライトも若干混合して平均粒径は65μm程度である。このような粒径では砥粒として過大であり、表面形状が角張ったものも含まれているので被加工物の表面に掻き傷がつくおそれがある。

30

40

50

【0007】本発明は、このようなゼオライトアモルファス又はこれとゼオライトの混合物を、超微細な粒子に分割すると共に表面に角部がなく丸味を帯びた形状にな

る加工手段を提供するもので、この目的のために図2の混合装置10と図3、4の微粒化装置11又は11aが使用される。これらの混合装置10と微粒化装置11、11aは、高速攪拌機としての機能を有するもので、本出願人の出願に係る特開平9-75698号公報に高速攪拌装置として記載されたものと同種のものである。

【0008】図2の混合装置10において、12は円筒形の攪拌槽で、その上部にリング状の堰板13と上部室12aが重なって固定され、上端に蓋14が取付けられる。攪拌槽12の下部には底壁12bを貫通して回転軸15が設けられ、その上端に回転羽根16が固定され、下端にモータ15aが接続されている。該回転羽根16は多孔の円筒部16aをアーム16bで回転軸15に連結したもので、円筒部16aの外径は、攪拌槽12の内径より僅かに小さい。

【0009】底壁12bには、溶媒として用いられる水の入口17が開けられ、ポンプ17a、水タンク17bが接続されている。また蓋14にはホッパ18が取付けられ、その上方に粉体フィーダ19が設置されている。前記上部室12aの側部には、混合物を排出するための流出管20が設けられ、パイプ20aでバッファタンク21に接続されている。該バッファタンク21には真空ポンプ21aが接続されて被処理液L中の空気を抜き取るようにされ、該被処理液Lは、液送ポンプ23、パイプ23aを介して図3、4に示す微粒化装置11又は11aへ送られる。図中21bは、バッファタンク21の液面センサで、該タンク21の被処理液Lの液面高さを検出して混合装置10に供給される水と原料粉の量を制御させる。また24は攪拌室12の冷却水室で冷却水の入口24aと出口24bを有し、攪拌によって生じる摩擦熱を吸収する。

【0010】混合装置10は以上の構成を有するので、回転羽根16を周速25m/sec程度で回転させ、水を水入口17から供給しながら原料粉をホッパ18から供給すると、両者は回転羽根16の回転力を受けて薄膜円筒状に回転しながら攪拌処理される。

【0011】原料粉としてゼオライトアモルファスを用いるとき、該ゼオライトアモルファスの粉体は、粒子間に作用する凝集力で2次凝集しており、これを水に混合しても「ダマ」と称する塊りになって溶解し難い。ところが、この混合装置10を作動させながら水と粉体を同時に供給すると、回転羽根16の回転によって回転作用と攪拌作用が生じ、ダマを生じることなく分散、溶解した被処理液Lとなる。そして遠心力で生じた圧力によって槽内面を上昇し、堰板3を越えて上部室12aに入り流出管20からバッファタンク21に流入する。

【0012】図3の微粒化装置11において、32は、円筒形の攪拌槽で、その上部にリング状の堰板33と上部室32aが重なって固定され、上端に蓋34が取付けられる。35、36は被処理原料の供給管で、開閉弁3

5a、36aを有するが、微粒化装置11として用いるときは、供給管35、36の一方が使用され、前記図2のパイプ23aに接続される。

【0013】上部室32aに設けた流出管37は、装置11を連続運転した場合の製品の取出しに使用される。この場合、図2の混合装置1と同様に前記堰板33として中心孔33aが大きいものを用い、該中心孔33aから上部室32aに被処理液Lを溢流させて流出管37から流出させる。しかし図示の堰板33は、微粒化装置11をバッチ運転するためのもので、被処理液Lが上部室32aに入るのを防止する。攪拌終了後は、被処理液Lは、供給管35、36の他方の管から取出される。図中38、39は、攪拌によって生じる摩擦熱を冷却させるための冷却水室で、一方の冷却水室38に冷却水の流入管38aと流出管38bを備え、他方の冷却水室39には管38a、38bから分岐した管が接続されている。

【0014】上端にモータ43を連結した回転軸41は、予め蓋34、上部室32a、堰板33を貫通し、その下端に回転羽根42が固定される。

【0015】図示の回転羽根42は、ワイヤ型と称する型式のもので、無数のワイヤを放射方向に並べて重ね合わせ、ボス部42aに固定したものである。その外径φは、攪拌槽32の内径Dより僅かに小さく、間隙Sは $(D-\phi)/2$ であるから極めて小さい。実験的装置として $D=80\text{mm}$ 、 $\phi=76\text{mm}$ としたものは $S=2\text{mm}$ である。

【0016】この攪拌槽32内に液体と液体又は液体と粉体を混合した被処理液Lを入れて回転軸41を駆動し、回転羽根42を高い周速度で回転させると、被処理液Lは、これに連れて強制回転され、遠心力で攪拌槽32の内面に押付けられながら厚さtの薄膜円筒状になって回転する。そして、被処理液Lのそれぞれの部分は、円周方向及び上下方向に速度差があり、半径方向に圧力差があるから、全体として薄膜円筒状を保ちながらその内部で複雑な方向に流動すると共に、回転羽根42で叩かれて強い破碎及び分散作用を受ける。このため、極めて短時間で攪拌作用が達成される。なお、被処理液Lを薄膜円筒状にする理由は、回転羽根における攪拌に有効な高速部分だけで攪拌作用を行ない、中心側の部分では液との接触を避けて、ここで摩擦熱が発生したり回転抵抗が生じるのを防止するためである。

【0017】本発明の微粒化装置11は、その強い攪拌作用によって、ゼオライトアモルファスの粒子を極めて小径の粒子に破碎し分散させると共に、その表面を丸味を帯びた滑らかな形状にすることができる。

【0018】図4の微粒化装置11aは、図3の微粒化装置11に比べて回転羽根の構造は異なるがその他の構造は実質上同一である。装置11aにおける回転羽根44は円筒型と称するもので、円筒部44aが数本のアーム44bでボス44cに接続されたものであり、槽内径

Dと回転羽根外径 ϕ 、間隙Sは、図3のものと同一である。この装置11aでは、円筒部44aが高速回転することにより、被処理液Lは、円筒部44aの内外周を上下方向に循環しながら薄膜円筒状になって回転し、液中のゼオライトアモルファスの粒子は、粒子相互又は粒子と回転羽根、槽内面との衝突と摩擦で破碎、分散、平滑化の作用を受ける。

【0019】図5は、図3の微粒化装置11の作用効果を示すグラフで、該装置11に水142.5g、ゼオライトアモルファス7.5gの混合物(5%水溶液)を入れて、回転羽根42の周速を変えて攪拌した場合の攪拌時間に対する平均粒子径の変化を、攪拌速度ごとに示している。ワイヤ型の回転羽根42の周速が、曲線W₁では30m/sec、曲線W₂では40m/sec、曲線W₃では50m/secである。また曲線Mは、別の型式の攪拌機で、周速23m/secで駆動されたものである。

【0020】曲線Mにあっては、ゼオライトアモルファスの粒子径は、2.5分経過しても原体の65 μ mのままであり、30分攪拌して23 μ mである。これに対して装置11による攪拌では、曲線W₁、W₂、W₃がすべて作動開始直後から微細化が始まり、その後も急速に粒径が減少し、周速30m/secの曲線W₁では15分で13 μ mであるが、周速40m/secの曲線W₂では10分で4.5 μ mになり、周速が50m/secの曲線W₃では10分で1 μ m以下になる。

【0021】図6は図3のワイヤ型の回転羽根42を有する装置11と図4の円筒型の回転羽根44を有する装置を用いて実験したデータをグラフにしたもので曲線W₁、W₂、W₃は図5のものと同じである。また曲線C₁～C₄は円筒型回転羽根44を30、50、60、70m/secで駆動した場合である。

【0022】この図から判るようにワイヤ型の回転羽根42を用いれば周速40m/sec以上で平均粒径が10 μ m以下になり、円筒型の回転羽根14を用いれば周速50m以上で10 μ m以下になる。そして、このような攪拌処理をすると、各粒子は角が取れた丸味のある粒子になる。

【0023】図7は、微粒化装置11にゼオライト5%の水混合物を入れて膜厚tを21mmに設定して周速50m/secで作動させたとき、作動時間によって平均粒径と粒度分布がどのように変化するかを調べたものであり、平均粒径の数値は枠内に記載され、該枠内のFMはワイヤ型、80は槽内径、50は周速を示す。図6

(a)はゼオライトアモルファスの原料について示し、平均粒径は59.459 μ mで15～300 μ mの範囲に分布する。

【0024】この原料を微粒化装置11で10分間処理すると(b)に示すように平均粒径が1.194 μ mになり、0.08～40 μ mの範囲に分布する。1時間処

理したものは、(c)に示され平均粒径0.171 μ mで0.08～50 μ mの範囲に分布し、16時間処理したものは、(d)に示され平均粒径が0.128 μ mで0.03～0.4 μ mの範囲に分布する。

【0025】このように攪拌時間の経過に従って微粒化が進行するが、高速で或る時間以上攪拌すると、粒子の沈殿が殆どなくなり、懸濁安定度が極めて大になることが発見された。図8は、微粒化装置11で処理した液体と他の手段で処理した液体の懸濁安定度を比べたものであり、処理後の液体を試験管に入れて1か月放置した後の状態を示し、①の試験管に示した上部の白いの部分、水のみが存在する透明部であり、中間の斜線つきの口の部分は白濁部分であり、底部の点を付したハの部分装置から分離した金属粉の沈殿部である。

【0026】図8に示す試験管のうち①②③は、本発明の微粒化装置11においてD=80mmとし、 ϕ =76mmのワイヤ型羽根を用いた装置を周速70m/secで作動させ、図中試験管①～③の下に記入した時間ごとに資料を採取した。図中、FMは薄膜円筒型式を示し、80は内径、100は最大速度を示す。

【0027】また試験管④⑤⑥は、同じ材料を湿式メディアミルによって処理したもので、該ミルの攪拌槽内に径0.3mmのガラスビーズを85%の充填率で封入し、多重の回転羽根を10m/secで駆動し、該メディアミルを1～3回通過させたものである。また試験管⑦⑧⑨は、高圧ジェット型微粒化分散機で処理したもので、該分散機は、前記と同じ材料を口径0.18mmのノズルから100～150m/secの高速で噴出させることにより微粒化するもので、該分散機を1～3回通過させた。

【0028】本発明の手段によれば、試験管②③に見られるように短時間で粒径2～3 μ m程度になり、透明部が極めて少なく、特に試験管③においては透明部が全く無く、懸濁安定度が極大である。これに対して④⑤⑥のメディアミルによるものは、3パスによって粒径0.104 μ mの微粒にしても、上部に水のみ透明部が存在する。また⑦⑧⑨の高圧ジェット型微粒化分散機によるものは、⑤の粒径略3 μ mになっても透明部の量は大きい。

【0029】このように、本発明の製法によるときは、粒子径が3 μ m程度又はそれ以下になると、ゼオライトアモルファスの粒子の沈殿が殆ど生じないか皆無になって懸濁安定度が高いので、これを研磨液として使用すれば沈殿防止剤を添加しなくても均質の研磨が行なわれる。また、顕微鏡で粒子を見ると、各粒子は角のとれた丸味のある形状をしている。

【0030】水と粒子の混合比は、微粒化装置11に原料を供給する時に決めてもよいし、製品取出し後に調整してもよい。

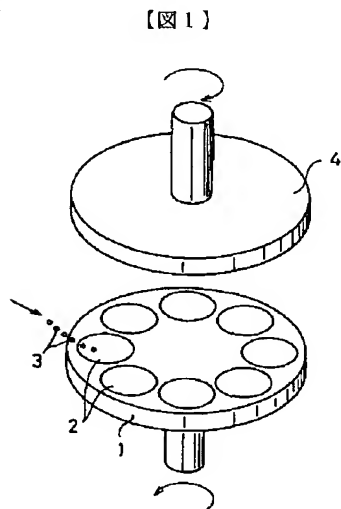
【0031】

【発明の効果】以上のとおり、請求項1の手段によれば、被処理液中の粒子は、この微粒化装置内に生じる高速水流で運ばれながら回転羽根又は槽内面との衝突及び摩擦を繰り返す、粒子相互も衝突を繰り返すから、粒子は微細化すると共に角の取れた丸味のある粒子になり、研磨材として使用するとき被加工面に掻き傷が生じない効果がある。また、この微粒化装置で攪拌処理した後の液体は、粒子の沈殿が始まらないか全くないので、沈殿防止剤を用いなくても一定混合率の研磨材を供給でき、均質の研磨ができる利点がある。

【0032】また請求項2の手段によれば、混合機の攪拌槽内で薄膜筒状に旋回している溶媒又は混合液の内周面に、砥料原料粉が分散して混合するので、該砥料原料粉は、混合液中に平均的に分配され、ダマを生じることがなく攪拌処理されるから、後段の微粒化装置での微粒化作用を均等に受けることができる利点がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】 研磨装置の斜視図



* 【図2】 混合装置の一例を示す縦断面図

【図3】 微粒化装置の一例を示す縦断面図

【図4】 同じく他例を示す縦断面図

【図5】 ワイヤ型回転羽根による微粒化作用を示すグラフ

【図6】 ワイヤ型と円筒型の回転羽根による微粒化作用を示すグラフ

【図7】 粒子の粒度分布の変化を示すグラフ

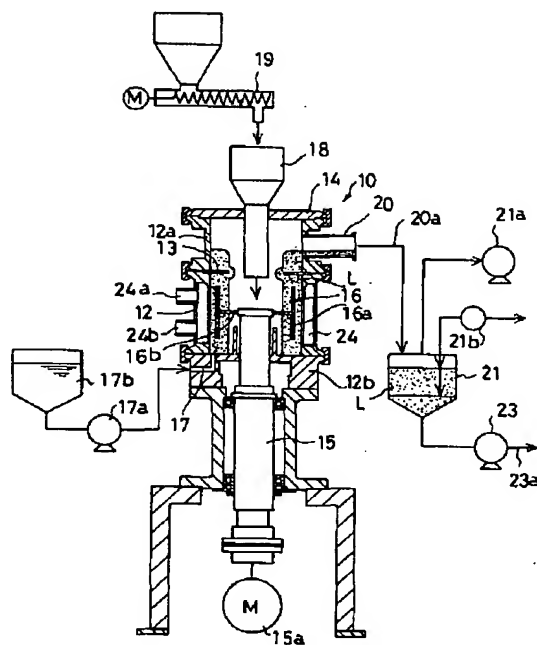
【図8】 粒子の沈殿状態を示す正面図

10 【符号の説明】

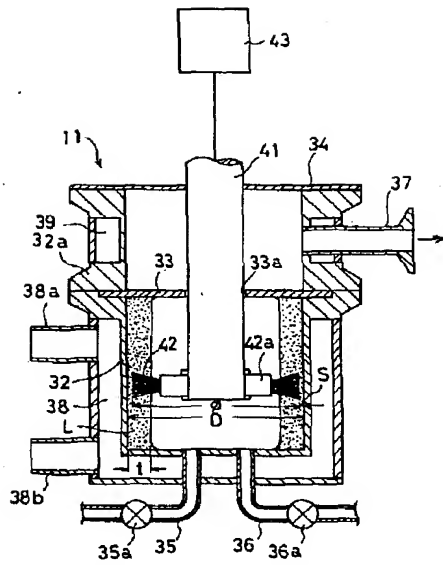
10 混合装置	11, 11a 微粒化装置
12, 32 攪拌槽	13, 33 堰板
35, 36 供給管	24, 38, 39 冷却水室
15, 41 回転軸	16, 42, 44 回転羽根
L 被処理液体	

*

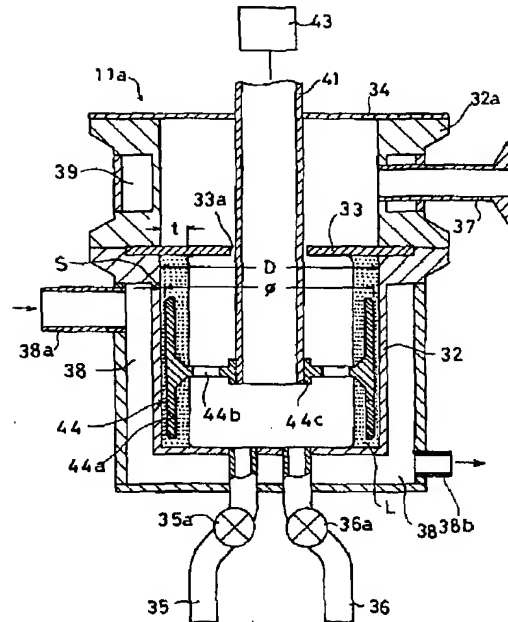
【図2】



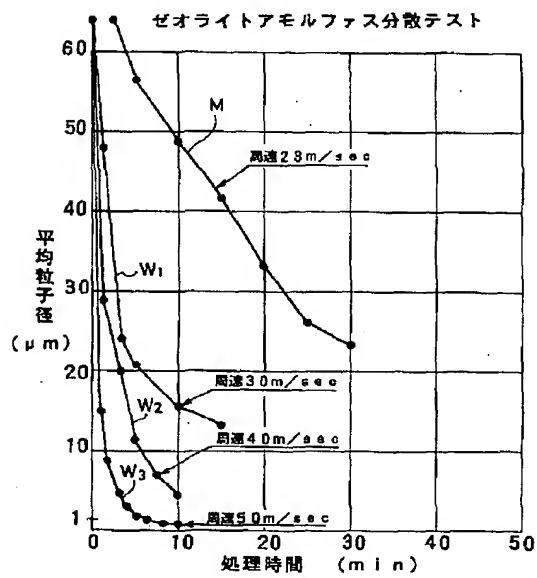
【図3】



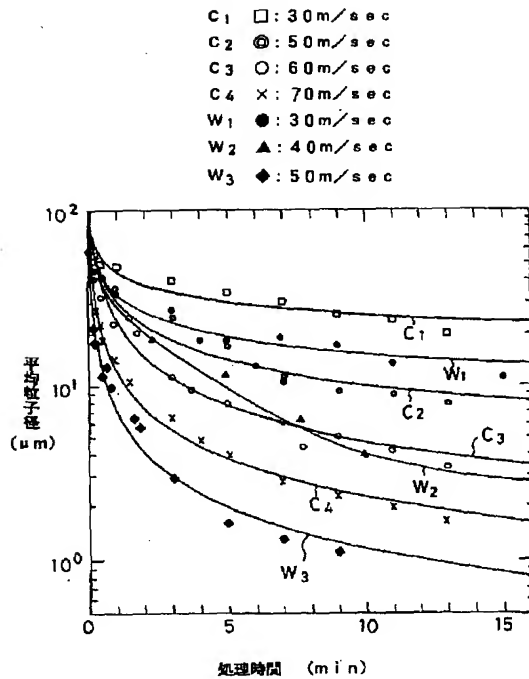
【図4】



【図5】



【図6】

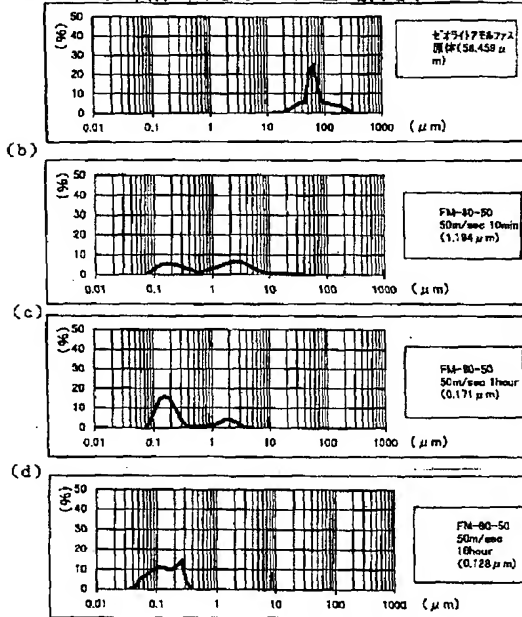


【図7】

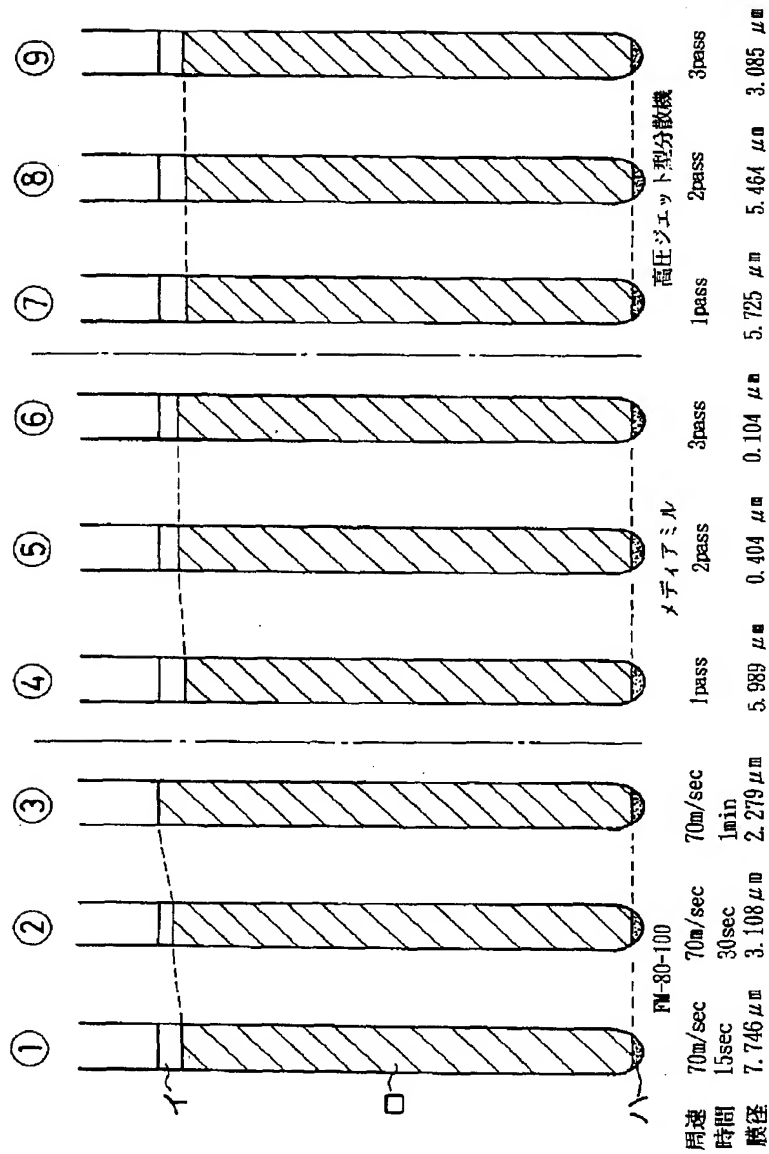
ゼオライトアモルファス分散における粒度分布形状の変化

(処理液) 5%ゼオライトアモルファス水溶液

(処理条件) φ7.6sus ワイヤ型 膜厚2.1mm



【図8】



フロントページの続き

(72)発明者 森安 信彦
 大阪府大阪市福島区海老江8-16-43 特
 殊機化工業株式会社内

(72)発明者 野口 潤
 大阪府大阪市福島区海老江8-16-43 特
 殊機化工業株式会社内

(9)

特開2000-44932

(72)発明者 三村 浩

大阪府大阪市福島区海老江8-16-43 特
殊機化工業株式会社内